

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-298426

(43)Date of publication of application : 10.11.1998

(51)Int.Cl.

C08L 77/00  
C08K 3/28  
C08K 3/32  
C08K 3/34  
C08K 5/09  
C08K 5/17  
C08K 5/37  
C08K 5/50

(21)Application number : 09-120089

(71)Applicant : ASAHI CHEM IND CO LTD

(22)Date of filing : 24.04.1997

(72)Inventor : OYAMADA HIROSHI

## (54) PRODUCTION OF POLYAMIDE RESIN COMPOSITE MATERIAL

### (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To obtain a composite material having excellent mechanical properties by melt-mixing a polyamide resin with a layered silicate, an acid having a specified pKa value, an organic substance having a group convertible into an onium ion and water in a specified ratio.

**SOLUTION:** This material is obtained by mixing 100 pts.wt. polyamide resin such as nylon 6 having an average molecular weight of 3,000-70,000 with 0.3-40 pts.wt. layered silicate such as swellable fluoromica, 0.01-5 mol equivalents, per equivalent of the cation exchange capacity of the layered silicate, of an acid (e.g. formic acid) having a pKa of 0-6, 0.3-20 mol equivalents, per equivalent of the cation exchange capacity of the layered silicate, of an organic substance (e.g. 12-aminododecanoic acid) having a group convertible into an onium ion and 50-800 pts.wt., per 100 pts.wt layered silicate, water. The layered silicate used is water-swellable, contains alkali and alkaline earth metal ions among the layers, has a side length of a layer of 10-1,000 nm on the average, has a cation exchange capacity of 20-300 milliequivalents/100 g and is dispersed in the polyamide resin on a molecular level.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

06.04.2004

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's

decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-298426

(43) 公開日 平成10年(1998)11月10日

(51) Int. Cl. <sup>4</sup>	識別記号	P I
C 0 8 L 77/00		C 0 8 L 77/00
C 0 8 K 3/28		C 0 8 K 3/28
3/32		3/32
3/34		3/34
5/09		5/09

審査請求 未請求 請求項の数 4 F D (全 7 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願平9-120099	(71) 出願人	000000033 旭化成工業株式会社 大阪府大阪市北区堂島浜1丁目2番6号
(22) 出願日	平成9年(1997)4月24日	(72) 発明者	小山田 祥 岡山県倉敷市瀬通3丁目13番1 旭化成工業株式会社内
		(74) 代理人	弁理士 野崎 誠也

(54) 【発明の名称】 ポリアミド樹脂複合材料の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 機械的特性の優れた高性能のポリアミド樹脂複合材料および該複合材料を効率的に製造する方法を提供する。

【解決手段】 ポリアミド樹脂 100重量部に対して膨潤性フッ素系を0.3～40重量部、pKaが0～6の酸とオニウムイオンとなる基を有する有機物をそれぞれ層状珪酸塩のイオン交換容量に対して0.01～5モル当量と0.3～20モル当量、水を層状珪酸塩100重量部に対して20～800重量部の割合で熔融混合することからなるポリアミド樹脂複合材料の製造方法。

BEST AVAILABLE COPY

(2)

特開平10-298426

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 (A) ポリアミド樹脂100重量部、  
(B) 層状珪酸塩をポリアミド樹脂100重量部に対して0.3~40重量部、(C) pKaが0~6の酸を層状珪酸塩の陽イオン交換容量に対して0.01~5モル当量、(D) オニウムイオンとなる基を有する有機物を層状珪酸塩の陽イオン交換容量に対して0.3~20モル当量、(E) 水を層状珪酸塩100重量部に対して20~800重量部の割合で溶融混合することを特徴とするポリアミド樹脂複合材料の製造方法。

【請求項2】 ポリアミド樹脂がナイロン6、及び／又はナイロン66であることを特徴とする請求項1記載のポリアミド樹脂複合材料の製造方法。

【請求項3】 層状珪酸塩の陽イオン交換容量が20~300ミリ当量/100gであることを特徴とする請求項1記載のポリアミド樹脂複合材料の製造方法。

【請求項4】 請求項1~3のいずれかに記載の製造方法により製造されたことを特徴とするポリアミド複合材料。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、ポリアミド樹脂複合材料の製造方法に関し、さらに詳しくは機械的特性に優れ、簡便に層状珪酸塩をポリアミド樹脂マトリックス中に分子オーダーで分散可能なポリアミド樹脂複合材料の製造方法および該製造法により得られた複合材料に関する。

【0002】

【従来の技術】熱可塑性樹脂をはじめとする有機高分子材料の諸特性、特に機械的特性を改良するためにタルク、カオリナイト、マイカなどを溶融混合することが行われてきている。しかしながら、熱可塑性樹脂に、これらの物質を単に溶融混合するだけでは層状珪酸塩が熱可塑性樹脂中に微分散しないため満足できる特性を持つ熱可塑性樹脂複合体は得られていない。

【0003】ポリアミド樹脂中に層状珪酸塩を分子オーダーで微分散させるために粘土鉱物、特に層状珪酸塩を選び、これを予め、アミノ酸やポリアミド塩などの有機化合物との複合体にした後、かかる複合体の存在下にモノマーを重合せしめ、該複合体を分子オーダーで分散させたポリアミド樹脂複合体を製造することが行われている(特公昭58-35211号公報参照)。しかし、この方法によれば、モノマーを重合せしめることによりポリアミド重合体を得るため、重合反応の過程でアミノ末端が反応で消費されてしまい、ポリアミド中の末端基が封鎖される結果、染色性、塗装性、印刷性が不十分なポリアミド複合材料しか得られていない。

【0004】さらにこの製造方法では、層状珪酸塩が重合停止剤として働き、特に高粘度タイプのポリアミド/層状珪酸塩複合材料や、層状珪酸塩の含有率が高いポリ

2

アミド複合材料を、効率的且つ経済的に製造することができなかった。また、この方法では重合工程中に無機物が混入してしまい、重合材料の切り替え時などに大量の切り替えロスが生じることも問題となっている。

【0005】さらに従来の方法では、アミノ酸又はナイロン塩を層状珪酸塩に結合せしめた層状珪酸塩/有機複合体が、複合材料を構成する高分子化合物のモノマー又は前記モノマーと分散媒の混合液に膨潤する性質を有さない場合には、前記高分子化合物中に前記複合体を均一に分散させることは困難であった。以上のように従来の層状珪酸塩が均一に分散したポリアミド複合材料は、ポリアミドに染色性、印刷性、耐白化性という特徴を付与するアミノ末端基が封鎖されたものしかなく、且つ、従来の製造方法では、製造効率が低く、さらに、層状珪酸塩が末端封鎖剤として働き、重合度を効率的に高くするのが困難であった。

【0006】さらに従来の方法では、層状珪酸塩含有ジアミン-ジカルボン酸型ポリアミドを通常のジアミン-ジカルボン酸塩から製造することはジアミンが層状珪酸塩の膨潤作用を著しく阻害するために困難ないし不可能である(特開昭63-221125号公報)。これを解決するために予めオニウムイオン基を有する有機物で置換した層状珪酸塩を水やε-カプロラクタム等の分散媒中に分散させ、これをポリアミド樹脂と混合することが行われている(特開平2-305828号公報)。

【0007】しかし、この方法においてもポリマー中に層状珪酸塩を分子オーダーで分散させるためには、層状珪酸塩に予めオニウムイオンを有する有機物をインターカレートする工程を必要とした。このインターカレート工程は層状珪酸塩の数十倍~数百倍の体積の分散媒である温水(約80℃)に層状珪酸塩を分散させる工程、さらに別容器で温水中(約80℃)にオニウム塩を有する有機分子を分散させる工程、分散したオニウム塩に塩酸等を添加し、オニウムイオンとする工程、さらにこのオニウムイオン水溶液を層状珪酸塩を分散させた水溶液に添加する工程、さらにオニウムイオンでイオン交換された層状珪酸塩に不純物として存在するNa<sup>+</sup>、Cl<sup>-</sup>等の残イオンを洗浄する工程、これを濾過する工程、さらにこれを乾燥する工程、最後に乾燥した塊を粉砕する工程が必要である。層状珪酸塩への有機物のインターカレーションはこのような複雑な製造工程を必要とするため簡便で経済的な方法が望まれていた。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、ポリアミド樹脂複合材料の製造方法に関し、さらに詳しくは機械的特性に優れ、層状珪酸塩が分子オーダーでポリアミド樹脂マトリックス中に均一に分散したポリアミド複合材料を層状珪酸塩に予め有機分子をインターカレートする複雑な工程を省略することで、簡便且つ経済的に製造する方法を提供するものである。

(3)

特開平10-298426

3

4

【0009】

【課題を解決するための手段】本発明者は、ポリアミド樹脂と層状珪酸塩からなるポリアミド複合材料において、種々の条件でこれらの材料の熔融混合を検討した結果、ポリアミド樹脂、層状珪酸塩、 $pK_a$ が0～6の酸、オニウムイオンとなる基を有する有機物、水を同時に熔融混合することで層状珪酸塩がポリアミド樹脂マトリックス中に分子オーダーで均一に分散したポリアミド複合材料が1つのプロセスで製造可能なことを見だし、本発明を完成するに至った。

【0010】即ち、本発明は、(A)ポリアミド樹脂100重量部、(B)層状珪酸塩をポリアミド樹脂100重量部に対して0.3～40重量部、(C) $pK_a$ が0～6の酸を層状珪酸塩の陽イオン交換容量に対して0.01～5モル当量、(D)オニウムイオンとなる基を有する有機物を層状珪酸塩の陽イオン交換容量に対して0.3～20モル当量、(E)水を層状珪酸塩100重量部に対して20～800重量部の割合で熔融混合することを特徴とするポリアミド樹脂複合材料の製造方法および該製造法により製造された複合材料である。

【0011】以下、本発明について詳細に説明する。本発明に用いられる(A)ポリアミド樹脂とは、分子中に酸アミド結合(—CONH—)を有するものであり、具体的には、 $\epsilon$ -カプロラクタム、6-アミノカプロン酸、 $\omega$ -エナントラクタム、7-アミノヘプタン酸、11-アミノウンデカン酸、9-アミノノナン酸、 $\alpha$ -ピロリドン、 $\alpha$ -ピペリドンなどから得られる重合体もしくは共重合体、ヘキサメチレンジアミン、ノナメチレンジアミン、ウンデカメチレンジアミン、ドデカメチレンジアミン、メタキシリレンジアミン等のジアミンとテレフタル酸、イソフタル酸、アジピン酸、セバシン酸等のジカルボン酸とを重合して得られる重合体もしくは共重合体もしくはこれらのブレンド物を例示することができる。

【0012】ポリアミド樹脂は、平均分子量が3,000～70,000のものが好ましく、より好ましくは平均分子量が6,000～40,000、更に好ましくは15,000～30,000である。また、本発明のポリアミド樹脂は、ポリアミド樹脂として10重量%以上、好ましくは20重量%以上含む組成物であれば、ポリアミド樹脂以外の樹脂との混合物であってもかまわない。

【0013】ポリアミド樹脂以外の樹脂としては、例えばポリエチレン、ポリプロピレン、ポリスチレン、アクリロニトリル-スチレン樹脂、アクリロニトリル-ブタジエン-スチレン樹脂、スチレン-ブタジエンブロック共重合体およびその水添品、熱可塑性ポリエステル、ポリメチルメタクリレート、ポリカーボネート、ポリフェニレンエーテル、ポリオキシメチレン、ポリフェニレンスルフィド、ポリサルホン、ポリエーテルスルフォ

ン、ポリエーテルイミド、ポリエーテルエーテルケトン等を例示することができる。

【0014】またこれらの樹脂とポリアミド樹脂を混合する場合、2種以上組み合わせて用いても良い。これらの樹脂とポリアミド樹脂を混合する場合、ポリアミド樹脂と非相溶性の樹脂との組み合わせの場合には、相溶化剤を配合することができる。このような相溶化剤としては、従来公知のものを広く使用することができる。

【0015】本発明の(B)層状珪酸塩は、珪酸マグネシウムまたは珪酸アルミニウム層から構成される層状フィロ珪酸塩であり、具体的にはモンモリロナイト、膨潤性フッ素雲母、サボナイト、バイデライト、ヘクトライト、ステブンスサイト、パーミキュライト、ハロイサイト等を例示することができ、好ましくは、モンモリロナイト、膨潤性フッ素雲母であり、より好ましくは膨潤性フッ素雲母である。これらは合成のものでも天然のものであってもかまわない。

【0016】層状珪酸塩は、天然に存在する層状珪酸塩および合成された層状珪酸塩を95%以上の高純度化したものがより好ましく、膨潤性フッ素雲母の場合、タルク、珪フッ化ナトリウム及び/又は珪フッ化リチウム等を原料として固相で合成されたものがより好ましい。層状珪酸塩は水膨潤性の性質を有し、陽イオン交換容量が20～300ミリ当量/100gが好ましいが、更に好ましくは60～300ミリ当量/100gである。陽イオン交換容量が20ミリ当量/100gに満たない層状珪酸塩が十分にポリマー中で膨潤しないため分子オーダーでポリアミド樹脂中に分散させることが困難であり、300ミリ当量/100gを越える層状珪酸塩は天然にほとんど存在しないか、もしくは工業的に合成が困難である。

【0017】本発明の層状珪酸塩は層間にアルカリ、アルカリ土類金属イオン等を含むものが好ましく、これらのイオンとしては $Na^+$ イオン、あるいは $Li^+$ イオンが好ましい。本発明に用いられる層状珪酸塩の形状は、層状の結晶構造を有し、層の1辺の長さが平均的に10～1000nmの範囲のものが好ましい。

【0018】本発明で用いる(C)酸は $pK_a$ が0～6の範囲のものである。 $pK_a$ が6を越える酸ではプロトン放出量が少ないため有機物をイオン化させ、層状珪酸塩を膨潤させる効果が乏しく、 $pK_a$ が0未満の酸では、混練機の腐食が著しいため、不適当である。このような酸としては、無機酸でも有機酸でもよく、具体的には、安息香酸、セバシン酸、安息香酸、酢酸、亜硝酸、リン酸、亜リン酸等、及びこれらの酸として作用する誘導体、例えばクロル酢酸、トリクロロ酢酸、トリフルオロ酢酸等が例示できる。

【0019】本発明の(D)オニウムイオンとなる基を有する有機物とは、酸の作用により水中でオニウムイオンとなる基を持つ有機物である。本発明のオニウムイオ

BEST AVAILABLE COPY

(4)

特開平10-298426

5

ンとなる基を有する有機物は、炭素数8以上のアルキル鎖を持つものが好ましく、より好ましくは炭素数11以上のアルキル鎖をもつ有機物である。また、アルキル鎖の末端は、メチル基またはカルボキシル基、水酸基等を有しているものが好ましい。オニウムイオンとしてはアンモニウムイオン、ピリジニウムイオン、スルホニウムイオン、ホスホニウムイオン等が例示でき、このなかでもアンモニウムイオンが好ましい。

【0020】また、このような有機物としては12-アミノドデカン酸、14-アミノテトラデカン酸、16-アミノヘキサデカン酸、18-アミノオクタデカン酸、ドデシルアミン、テトラデシルアミン、ヘキサデシルアミン、オクタデシルアミン、ステアリルトリメチルアミン、ジステアリルジメチルアミン等を例示することができ、好ましくは12-アミノドデカン酸、ステアリルトリメチルアミン、ジステアリルジメチルアミンである。

【0021】本発明において用いられる(B)層状珪酸塩の配合量は、(A)ポリアミド樹脂100重量部に対して0.3~40重量部であり、好ましくは2~20重量部、より好ましくは2~10重量部である。層状珪酸塩の配合量が0.3重量部未満では優れた補強効果が発現しないし、40重量部を越えると成形時の流動性の悪化、表面外観の悪化、靱性の低下、分散不良による機械的特性の向上効果が低下する等、好ましくない現象が生じる。

【0022】本発明の(C)pKaが0~6の酸の配合量は、(B)層状珪酸塩のイオン交換容量に対して0.01~5モル当量であり、好ましくは0.1~3モル当量、より好ましくは0.3~2モル当量である。酸の配合量が0.01モル当量未満であると有機物が層状珪酸塩中に進入できないため分散不良となる可能性があり、5モル当量を越えるとポリアミド樹脂の劣化を促進する恐れがある。層状珪酸塩に対するモル当量は、層状珪酸塩の全陽イオン交換容量に加える酸の分子量を乗じて求める。

【0023】本発明の(D)オニウムイオンとなる基を有する有機物の配合量は、(B)層状珪酸塩の陽イオン交換容量の0.3~20モル当量であり、好ましくは0.5~10モル当量、より好ましくは1.0~2モル当量である。該有機物の配合量が層状珪酸塩の陽イオン交換容量の0.3モル当量未満であると層状珪酸塩が分子オーダーで分散なくなり、優れた特性を発現できないし、20モル当量を越えると材料中に未反応有機物が多く残存し、溶融混練や成形の際に発泡のため加工が困難となり特性の低下を生じる。

【0024】本発明の(E)水の配合量は、(B)層状珪酸塩100重量部に対して50~800重量部である。水の配合量が50重量部未満であると層状珪酸塩がままと状、あるいは分級し、定量的にフィードすることができなくなる可能性があり、800重量部を越えると

6

水を貯留することが困難となりポリアミド樹脂が加水分解され、低分子量化してしまう。

【0025】本発明の方法を実施するには、水、有機オニウムイオンとなる基を有する有機物、pKaが0~6の酸、層状珪酸塩を所定量分散させ、これをポリアミド樹脂と混合し、溶融混練すればよい。これらの材料の混合は同時に添加する必要はなく逐次1種あるいは2種以上を溶融混練機へフィードしてもかまわない。溶融混練は連続的に溶融混練できる装置を用いるのが好ましく、このような装置としては押し出し混練機がより好ましく、さらに好ましくは二軸押し出し混練機を用いる。混練工程においては揮発成分を脱気することが好ましく、連続混練装置を用いて途中ベント孔を設け、真空脱気することがより好ましい。

【0026】本発明のポリアミド樹脂複合材料は、必要に応じて染料、顔料、繊維状補強物(ガラスファイバー、カーボンファイバー等)、粒子状補強物、触媒剤、増粘剤などの成形性改良剤、可塑剤、耐衝撃性改良剤、発泡剤、耐熱性改良剤、難燃剤、核剤等を配合することができる。本発明の複合材料は、一般に熱可塑性樹脂の成形に用いられている公知の方法、例えば、射出成形、ブロー成形、インフレーション成形、真空成形、押出成形、加熱加圧成形等の方法によって各種成形体に成形されるが、溶融混練の際に水及びその他の揮発成分を貯留しながら溶融混練できる構造を有する装置により製造されるのが好ましい。また、フィルムや二軸延伸フィルム、シート、発泡シート、発泡ビーズ、チューブ、マルチフィラメント、モノフィラメント等に成形された後、所望の成形体に成形してもかまわない。

【0027】本発明のポリアミド樹脂複合材料の製造方法を用いて製造されたポリアミド樹脂複合材料は、例えば、自動車の内外装部品として、ホイールカバー、ディストリビューターカム、トランスミッションノスラストワイヤー、ベアリング、ロータリーシーリング、ブッシュ、ブレーキリダー、エンジン部品、ショックアブソーバー部品、タイミングベルトカバー、シートローラー、ドアブッシング、エンジンカバー、ラジエータータンク、インテークマニホールド、ハーネス類、ワイパーモーターカバー、シリンダーヘッドカバー、キャニスター、ラジエーターのウォーターポンプインペラ、インストルメンタルパネル、リレーブロック、ワイヤーハーネスコネクタ、コネクタ類、タンク類、OA・電子部品としてソケット、スイッチ類、ヒューズボックス、ヒューズケース、発熱ヒーター部品、SMTコネクタ、コネクタ類、ブレーカー、携帯電話、エアガイド、パソコン部品、複写機部品、塗材部品として、インテリアバー、タンク類、その他自転車、バイクのホイール、机の脚、椅子の脚等の構造材料、調理器具、工具類、車両部品、日用品、玩具、雑貨等の広範な用途に好適である。

【0028】

BEST AVAILABLE COPY

(5)

特開平10-298426

7

8

【発明の実施の形態】以下、実施例により本発明を具体的に説明するが、本発明は、これらの実施例により限定されるものではない。なお、実施例及び比較例の評価に用いた原料及び測定法は次のとおりである。

## 【0029】(1)原料

## イ)膨潤性フッ素雲母

- ・コープケミカル(株)製ソマシフME100
- ・陽イオン交換容量:115ミリ当量/100g
- ・平均粒子径:5 $\mu$ m

## ロ)ポリアミド樹脂

- ・ポリアミド66樹脂
- ・分子重:23000

## ハ)層状珪酸塩層間に挿入する有機物

- ・12-アミノドデカン酸
- ・和光試薬、純度99%

## 【0030】ニ)ステアリルトリメチルアンモニウムクロライド

\*

- :分散性が良い 1 $\mu$ m以下の層が50%以上認められる。
- △:分散性が悪い 1 $\mu$ m以下の層が50%を下回っている。
- ×:分散性が非常に悪い ほとんどが1 $\mu$ m以上の塊で存在する。

## 【0032】

## 【実施例】

## 実施例1

膨潤性フッ素雲母、膨潤性フッ素雲母100重量部に対して蒸留水100重量部、アミノドデカン酸とリン酸をそれぞれ膨潤性フッ素雲母のイオン交換容量の1モル当量の割合で混合し、80℃で1時間攪拌した。得られた混合物水溶液をポリアミド66樹脂100重量部に対して膨潤性フッ素雲母の割合が2重量部になるようにドライブレンドした。その後、ウェルナー&フライドラー社製2軸押出機ZSK25を用いて樹脂温度295℃で熔融混練ペレット化し、ポリアミド66樹脂及び膨潤性フッ素雲母からなる複合体ペレットを得た。このようにして得られた複合体ペレットの分散性を前記測定法により測定した。また、同じ複合体ペレットを日本製鋼所(株)製J100SS-I成形機を用いて樹脂温度295℃でASTM3号短冊型成形体を射出成形した。この短冊型成形体を用いて曲げ特性を前記測定法により測定した。実施例の結果を表1に示す。

## 【0033】実施例2

層状珪酸塩として用いた膨潤性フッ素雲母の配合量を5重量部にした以外は、実施例1と同様に加工および測定を行った。

## 実施例3

リン酸の代わりに酢酸を用いた以外は実施例2と同様に加工及び測定を行った。

## 実施例4

リン酸の添加量を2モル当量にした以外は実施例2と同様に加工および測定を行った。

## 【0034】実施例5

\*・花王(株)製、コータミン86

ホ)リン酸

・コープケミカル(株)製

・85%水溶液

ヘ)酢酸

・和光試薬、純度99.7%

ト)水

・和光試薬、蒸留水

## 【0031】(2)測定法

## イ)曲げ弾性率、曲げ強度

ASTM D790に準拠し、測定を行った。

## ロ)分散性

日本電子(株)製造型電子顕微鏡JEM1200を用いて実施例ならびに比較例試料の超薄切片を観察し、評価した。尚、透過型電子顕微鏡による評価を下記の基準に基づいて行った。

有機物として用いたアミノドデカン酸の代わりにステアリルトリメチルアンモニウムクロライドを用いた以外は実施例2と同様に加工および測定を行った。

## 実施例6

有機物として用いたアミノドデカン酸の添加量を1.5モル当量にした以外は実施例2と同様に加工および測定を行った。

## 【0035】比較例1

層状珪酸塩として用いた膨潤性フッ素雲母の配合量を0.1重量部にした以外は、実施例1と同様に加工および測定を行った。各比較例の結果を表2に示す。

## 【0036】比較例2

リン酸の代わりに塩酸を使用した以外は実施例2と同様に加工及び測定を行った。

## 比較例3

リン酸の配合量を10モル当量にした以外は実施例2と同様に加工及び測定を行った。

## 【0037】比較例4

有機物として用いたアミノドデカン酸の添加量を30モル当量にした以外は比較例1と同様に加工及び測定を行った。

## 比較例5

蒸留水の添加量を10重量部にした以外は実施例2と同様に加工及び測定を行った。

## 比較例6

蒸留水の添加量を1000重量部にした以外は実施例2と同様に加工及び測定を行った。

## 【0038】

## 【表1】

BEST AVAILABLE COPY

(5)

特開平10-298426

9

15

表 1

		実 施 例					
		1	2	3	4	5	6
ポリアミド種	-	PA66	PA66	PA66	PA66	PA66	PA66
ポリアミド量	重量部	100	100	100	100	100	100
層状珪酸塩種	-	ME100	ME100	ME100	ME100	ME100	ME100
層状珪酸塩量	重量部	2	5	5	5	5	5
有機物種	-	ADA	ADA	ADA	ADA	STMA	ADA
有機物量	モル当量	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.5
懸留水量	重量部	2	5	5	5	5	5
酸種	-	リン酸	リン酸	酢酸	リン酸	リン酸	リン酸
酸量	モル当量	1.0	1.0	1.0	2.0	1.0	1.0
分散性	-	○	○	○	○	○	○
出げ弾性率	GPa	3.6	4.3	4.3	4.0	4.4	4.1
備考							

PA: ポリアミド

ADA: 1,2-アミノノドデカン酸

STMA: ステアリルトリメチルアルケンモニウムクロライド

ME100: 膨潤性フッ素系母

【0039】

45 【表2】

BEST AVAILABLE COPY



特開平10-298426

表 2

		比 較 例					
		1	2	3	4	5	6
ポリアミド樹脂	-	PA66	PA66	PA66	PA66	PA66	PA66
ポリアミド樹脂	重量部	100	100	100	100	100	100
層状珪酸塩樹脂	-	ME100	ME100	ME100	ME100	ME100	ME100
層状珪酸塩樹脂	重量部	0.1	5	5	5	5	5
有機物樹脂	-	ADA	ADA	ADA	ADA	ADA	ADA
有機物樹脂	モル当量	1.0	1.0	1.0	30	1.0	1.0
残留水量	重量部	0.1	5	5	5	0.5	50
酸量	-	リン酸	塩酸	リン酸	リン酸	リン酸	リン酸
酸量	モル当量	1.0	1.0	10	1.0	1.0	1.0
分散性	-	○	×	-	-	-	-
曲げ弾性率	GPa	2.9	2.8	-	-	-	-
備考			湿潤性が腐食	発泡のため成形不可	発泡のため成形不可	フィード不可	脱気不可

ADA: 12-アミノノドデカン酸

PA: ポリアミド ME100: 膨潤性フッ素樹脂母比較例5は、混合物がおこし状となりフィードできなかった。

【0040】

【発明の効果】表から明らかなように、当該発明による  
ポリアミド樹脂複合材料の製造方法は、従来の方法に比\*

40\* べて、より少ない工程で、且つ経済的に優れた特性を持つ層状珪酸塩が分子レベルでポリアミド樹脂中に分散した分子複合材料を提供できるものである。

フロントページの続き

(51)Int.Cl.<sup>9</sup>  
C08K 5/17  
5/37  
5/50

識別記号

FI  
C08K 5/17  
5/37  
5/50

BEST AVAILABLE COPY